

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-290666

(43)Date of publication of application : 20.12.1991

(51)Int.Cl. G03G 5/06  
C09B 57/00

(21)Application number : 02-092183

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 09.04.1990

(72)Inventor : KIKUCHI NORIHIRO  
MARUYAMA AKIO

## (54) ORGANIC ELECTRONIC MATERIAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a high sensitivity and to decrease the potential fluctuations in bright parts and dark parts at the time of continuous image formation as well as to improve durability by incorporating a specific stilbenequinone compd. into an electrophotographic sensitive body.

CONSTITUTION: The stilbenequinone compd. is expressed by formula I. In the formula, R1, R2, R3, and R4 denote a hydrogen atom, alkyl group, aralkyl group or aryl group. R1 to R4 may be the same or different. The structure to successively laminate a layer contg. a charge generating material and a layer contg. a charge transfer material on a conductive base is preferable as a photosensitive layer. The photosensitive layer is formed by combining the charge transfer layer and the stilbenequinone compd. with a suitable binder resin. The electrophotographic sensitive body having the extremely high sensitivity and potential stability at the time of repetitive use is obt'd. in this way.



( 1 )

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

BEST AVAILABLE COPY

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Patent No. 4032906

Patent No. 4032906

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑬ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-290666

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

G 03 G 5/06  
C 09 B 57/00

識別記号

3 1 3

庁内整理番号

6906-2H  
7537-4H

④ 公開 平成3年(1991)12月20日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全8頁)

⑥ 発明の名称 有機電子材料

⑦ 特 願 平2-92183

⑧ 出 願 平2(1990)4月9日

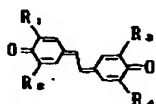
⑨ 発 明 者 菊 地 憲 裕 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
⑨ 発 明 者 丸 山 晶 夫 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
⑩ 出 願 人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号  
⑪ 代 理 人 弁理士 狩 野 有

明 細 書

1. 発明の名称 有機電子材料

2. 特許請求の範囲

1. 下記一般式(1)で示されるスチルベンキノン化合物を使用することを特徴とする有機電子材料。



(1)

式中、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>およびR<sub>4</sub>は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を示す。なお、R<sub>1</sub>～R<sub>4</sub>は同じでも異なってもよい。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、有機電子材料に関する。詳しくは、電子写真感光体において、改善された電子写真特性を与える低分子の有機電子材料に関する。

〔従来の技術〕

従来、電子写真感光体で用いる光導電材料としてはセレン、酸化亜鉛およびカドミウムなどを主成分とする感光層を有する無機感光体が広く用いられてきた。これらはある程度の基礎特性は備えてはいるが、成膜性が困難である、可塑性が悪い、製造コストが高いなど問題がある。更に無機光導電性材料は一般的に毒性が強く、製造上並びに取り扱い上にも大きな制約があった。

一方、有機光導電性化合物を主成分とする有機感光体は、無機感光体の上記欠点を補うなど多くの利点を有し、近年注目を集めており、これまで数多くの提案がされていくつか実用化されてきている。

このような有機感光体としては、ポリ-N-ビニルカルbazolに代表される光導電性ポリマーなどと、2,4,7-トリニトロ-9-フルオレノンなどのルイス酸とから形成される電荷移動錯体を主成分とする電子写真感光体が提案されている。これらの有機光導電性ポリマーは、無機光導電性材料に比べ軽量性、成膜性などの点では優れ

ているが、感度、耐久性、環境変化による安定性などの面で無機光導電性材料に比べ劣っており必ずしも満足できるものではない。

一方、電荷発生機能と電荷輸送機能とをそれぞれ別々の物質に分担させた機能分離型電子写真感光体が、従来の有機感光体の欠点とされていた感度や耐久性に改善をもたらした。このような機能分離型感光体は、電荷発生物質と電荷輸送物質の各々の材料選択の範囲が広く、任意の特性を有する電子写真感光体を比較的容易に作成できるという利点を有している。

電荷発生材料としては、種々のアゾ顔料、多環キノロン顔料、シアニン色素、スクエアリック酸染料、ピリリウム塩系色素などが知られている。

その中でもアゾ顔料は耐光性が強い、電荷発生能力が高い、材料合成が用意であるなどの点から多くの材料が提案されている。

一方、電荷輸送材料としては、例えば特公昭52-4188号公報に開示のピラゾロン化合物、特公昭55-42380号公報および特開昭55

-52063号公報に開示のヒドラゾン化合物、特公昭58-32372号公報および特開昭61-132955号公報に開示のトリフェニルアミン化合物、特開昭54-151955号公報および特開昭58-198043号公報に開示のスチルベン化合物などが知られている。

しかし、ここで挙げた電荷輸送材料およびこれまでに実用化されている有機電子写真感光体に使用されている電荷輸送材料は、その殆どが正孔輸送性のものである。従来、正孔輸送能を有する電荷輸送材料を用いた感光体は、支持体、電荷発生層、電荷輸送層を順次積層して用いる関係で、感光体への帯電は負極性となる。したがって負帯電で発生するオゾンによって感光体が科学的変質を受けてしまうという問題が生じ、 $a-Se$ あるいは $a-Si$ のような無機感光体に比べ耐印刷性が著しく低いという欠点を有していた。

また、負帯電で発生するオゾンによる感光体劣化の対策として、支持体、電荷輸送層、電荷発生層を順次積層して用いる電子写真感光体や、更に

その上に保護層を設けた電子写真感光体が、例えば特開昭61-753555号公報および特開昭54-58445号公報などで提案されている。

しかし、このような層構成の電子写真感光体においては、比較的薄い電荷発生層が上層となるため、繰り返し使用時において摩耗による特性劣化が著しい。

またこれを改善する目的で保護層を設けた感光体においては、保護層材料が有機絶縁材料であるため、繰り返し使用時に電位が安定せず、繰り返し安定した特性を維持することができなかった。

以上の点から、支持体、電荷発生層および電荷輸送層の順に順次積層し、正極帯電で使用可能な有機電子写真感光体の発明が期待される。

しかしこのためには、電子輸送能を有する電荷輸送材料が必要となる。電子輸送能を有する電荷輸送材料として、これまで、例えば2,4,7-トリニトロ-9-フルオレン(NF)や特開昭61-148159号公報などに開示のジシャノメチレンフルオレンカルボキシレート化合物、

特開昭63-70257号公報、特開昭63-72664号公報および特開昭63-104061号公報に開示のアンスラキノジメタン化合物、特開昭63-85749号公報に開示の1,4-ナフトキノロン化合物、特開昭63-175860号公報および特開昭63-174993号公報に開示のジフェニルジシアノエチレン化合物、第58春季年会予稿集(3IH38)、431、(1989)に記載のジフェノキノロン化合物などが提案されている。

しかし、これらの電子輸送能を有する電荷輸送材料を使用した正極帯電用感光体においては、感度が十分でない、繰り返し使用時の残留電位が高い、製造コストが高い、有機溶剤および結着剤との相溶性が低いなどの問題があり実用化できるほど満足できるものではなく、更に改善が必要である。

#### [発明が解決しようとする課題]

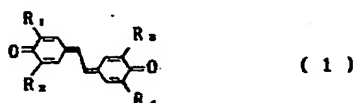
本発明の目的は、前述の電荷輸送化合物に要求される特性を十分満足した有機電子材料を提供す

ることにより従来の感光体の有する種々の欠点を解消することである。

即ち、大きな感度を有し、しかも繰り返し使用時の電子写真特性が安定に維持できる電子写真感光体を提供するために、製造が容易でかつ安価に提供できる新規な電子輸送能を有する有機電子材料を提供することにある。

〔課題を解決する手段、作用〕

本発明は、下記一般式(1)で示されるスチルベンキノ化合物を使用することを特徴とする有機電子材料から構成される。



式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ および $R_4$ は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を示す。なお、 $R_1 \sim R_4$ は同じでも異なってもよい。

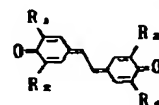
具体的には、 $R_1 \sim R_4$ において、アルキル基としてメチル、エチル、*n*-プロピル、*n*-ブチ

(3)

ル、*tert*-ブチルなどの基、アラルキル基としてベンジル、フェネチルなどの基、アリール基としてフェニル、ナフチルなどの基が挙げられる。

以下に一般式で示すスチルベンキノ化合物について、その代表例を列挙する。ただし、これらの化合物に限定されるものではない。

なお、化合物例の記載方法としては、基本型



において、変化する $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ および $R_4$ の部分を示すことによる。

化合物例(1)

$R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{CH}_3$

化合物例(2)

$R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{H}$

化合物例(3)

$R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{C}_2\text{H}_5$

化合物例(4)

$R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{t-C}_4\text{H}_9$

$R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{t-C}_4\text{H}_9$

化合物例(12)

$R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$

化合物例(13)

$R_1$  :  $-\text{C}_6\text{H}_5$   $R_3$  :  $-\text{CH}_3$

$R_2$  :  $-\text{C}_6\text{H}_5$   $R_4$  :  $-\text{CH}_3$

化合物例(14)

$R_1$  :  $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_3$   $R_3$  :  $-\text{H}$

$R_2$  :  $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_3$   $R_4$  :  $-\text{H}$

化合物例(15)

$R_1$ 、 $R_2$  :  $-\text{n-C}_8\text{H}_{17}$

$R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{C}_6\text{H}_5$

化合物例(16)

$R_1$  :  $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Cl}$   $R_3$  :  $-\text{C}_6\text{H}_5$

$R_2$  :  $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Cl}$   $R_4$  :  $-\text{C}_6\text{H}_5$

合成例(化合物例(1)の合成)

化合物例(5)

$R_1$ 、 $R_2$  :  $-\text{CH}_3$

$R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{t-C}_4\text{H}_9$

化合物例(6)

$R_1$ 、 $R_2$  :  $-\text{C}_2\text{H}_5$

$R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{n-C}_4\text{H}_9$

化合物例(7)

$R_1$ 、 $R_2$  :  $-\text{H}$

$R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{n-C}_4\text{H}_9$

化合物例(8)

$R_1$  :  $-\text{CH}_3$   $R_2$  :  $-\text{C}_2\text{H}_5$

$R_3$  :  $-\text{CH}_3$   $R_4$  :  $-\text{C}_2\text{H}_5$

化合物例(9)

$R_1$  :  $-\text{CH}_3$   $R_2$  :  $-\text{C}_2\text{H}_5$

$R_3$  :  $-\text{C}_2\text{H}_5$   $R_4$  :  $-\text{CH}_3$

化合物例(10)

$R_1$ 、 $R_2$  :  $-\text{CH}_3$

$R_3$ 、 $R_4$  :  $-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$

化合物例(11)

$R_1$ 、 $R_2$  :  $-\text{n-C}_8\text{H}_{17}$

(4)

水酸化ナトリウム5.5g(138ミリモル)とヘキサシアノ鉄酸カリウム66g(200ミリモル)からなる水溶液600mlへ攪拌下で2,4,6-トリメチルフェノール9.0g(66モル)のエタノール溶液200mlを20分間かけて滴下した。そのまま5時間攪拌後析出した結晶を濾取した。得られた粗結晶を水洗およびメタノール洗浄後酢酸エチル/N,N-ジメチルホルムアミド(DMF)混合溶媒より数回再結晶し目的化合物を8.4g得た。

収率48%、mp226~228℃。

電子写真感光体は、電荷輸送物質と適当な電荷発生物質を組み合わせて構成される。

感光層の構成としては、例えば以下の形態が挙げられる。

- (1) 導電性支持体/電荷発生物質を含有する層/電荷輸送物質を含有する層を順次積層
- (2) 導電性支持体/電荷輸送物質を含有する層/電荷発生物質を含有する層を順次積層
- (3) 導電性支持体/電荷発生物質と電荷輸送物質を含有する層

導電性支持体としては、例えば以下に示した形態のものを挙げることができる。

(1) アルミニウム、アルミニウム合金、ステンレス、銅などの金属を板形状またはドラム形状にしたもの。

(2) ガラス、樹脂、紙などの非導電性支持体や前記(1)の導電性支持体上にアルミニウム、パラジウム、ロジウム、金、白金などの金属を蒸着もしくはラミネートすることにより被膜形成したもの。

(3) ガラス、樹脂、紙などの非導電性支持体や前記(1)の導電性支持体上に導電性高分子、硫化スズ、酸化インジウムなどの導電性化合物の層を蒸着あるいは塗布により形成したもの。

有効な電荷発生物質としては、例えば以下のような物質が挙げられる。これらの電荷発生物質は単独で用いてもよく、2種類以上組み合わせてもよい。

(1) モノアゾ、ビスアゾ、トリスアゾなどのアゾ系顔料

質を含有する層

(4) 導電性支持体/電荷輸送物質を含有する層/電荷発生物質と電荷輸送物質を含有する層を順次積層

(5) 導電性支持体/電荷発生物質を含有する層/電荷輸送物質と電荷輸送物質を含有する層を順次積層

本発明の一般式(1)で示されるスチルベンキノン化合物は、電子に対し高い輸送能を有するため、上記形態の感光層における電荷輸送物質として用いることができる。感光層の形態が(1)の場合は正帯電、(2)の場合は負帯電が好ましく、(3)、(4)および(5)の場合は正、負帯電いずれでも使用することができる。

更に、上記の電子写真感光体では、接着性向上や電荷注入制御のために、感光層に保護層や下引き層を設けてもよい。なお、電子写真感光体の構成は上記の基本構成に限定されるものではない。

上記構成のうち、特に(1)の形態が好ましく、以下に更に詳細に説明する。

(2) 金属フタロシアニン、非金属フタロシアニンなどのフタロシアニン系顔料

(3) インジゴ、チオインジゴなどのインジゴ系顔料

(4) ベリレン酸無水物、ベリレン酸イミドなどのベリレン系顔料

(5) アンスラキノロン、ピレンキノロンなどの多環キノニン系顔料

(6) スクワリリウム色素

(7) ビリリウム塩、チオビリリウム塩類

(8) トリフェニルメタン系色素

(9) セレン、非晶質シリコンなどの無機物質電荷発生物質を含有する層、即ち、電荷発生層は前記のような電荷発生物質を適当な結着剤に分散し、これを導電性支持体上に塗工することにより形成することができる。また、導電性支持体上に蒸着、スパッタ、CVDなどの乾式法で薄膜を形成することによっても形成できる。

上記結着剤としては広範囲な結着性樹脂から選択でき、例えば、ポリカーボネート、ポリエステ



ル、ポリアリレート、ブチラール樹脂、ポリスチレン、ポリビニルアセタール、ジアリルフタレート樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、シリコン樹脂、ポリスルホン、スチレン-ブタジエン共重合体、アルキッド樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。これら樹脂は単独、また共重合体ポリマーとして1種または2種以上混合して用いてもよい。

電荷発生層中に含有する樹脂は、80重量%以下、好ましくは40重量%以下が望ましい。また、電荷発生層の膜厚は5 $\mu$ m以下、特に0.01~2 $\mu$ mの薄膜層が好ましい。また、電荷発生層には種々の増感剤を添加してもよい。

電荷輸送物質を含有する層、即ち、電荷輸送層は前記一般式(1)で示すスチルベンキノン化合物と適当な結着性樹脂とを組み合わせ形成することができる。

ここで電荷輸送層に用いられる結着性樹脂とし

(5)ては、前記電荷発生層に用いられているものが挙げられ、更にポリビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンなどの光導電性高分子が挙げられる。

この結着性樹脂と前記スチルベンキノン化合物との配合割合は、結着剤100重量部あたりスチルベンキノン化合物を10~500重量部とすることが好ましい。

電荷輸送層は電荷キャリアを輸送できる限界があるので、必要以上に膜厚を厚くすることができないが、5~40 $\mu$ m、特に10~30 $\mu$ mの範囲が好ましい。

更に、電荷輸送層中に酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤または公知の電荷輸送物質を必要に応じて添加することもできる。

このような電荷輸送層を形成する際は、適当な有機溶媒を用い、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーコーティング法、ローラーコーティング法、マイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法などのコーティン

グ法を用いて行うことができる。

上記一般式(1)で示されるスチルベンキノン化合物を電荷輸送層に含有するの電子写真感光体は、電子写真複写機に利用するのみならず、レーザープリンター、CRTプリンター、電子写真式製版システムなどの電子写真応用分野にも広く用いることができる。

#### 【実施例】

特開昭61-239248号公報(USP: 4,728,592)に開示されている製造例に従って得られたオキシチタニルフクロシアニン4gをポリビニルブチラール(ブチラール化度68モル%、重量平均分子量3万5千)7gをシクロヘキサノン95mlに溶解した液とともにサンドミルで20時間分散し、塗工液を調製した。

この塗工液を希釈後、アルミシート上に乾燥後の膜厚が0.1 $\mu$ mとなるようにマイヤーバーで塗布し、電荷発生層を形成した。

次に電荷輸送物質として化合物例(5)を5gとポリカーボネート(重量平均分子量3万5千)

6gをクロロベンゼン100gに溶解し、この液を電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し、乾燥膜厚が14 $\mu$ mの電荷輸送層を形成し、2層の電子写真感光体を作成した。

この電子写真感光体について川口電機製静電複写紙試験装置EPA-8100を用いてスタック方式で+6KVでコロナ帯電し、暗所で1秒間保持した後、照度20ルクスで露光し、帯電特性を調べた。

帯電特性としては、表面電位(V。)と1秒間暗減衰させた時の電位(V。)を1/2に減衰するのに必要な露光量(E1/2)を測定した。

更に、繰り返し使用した時の明部電位と暗部電位の変動を測定するために、上記作成した電子写真感光体を、キャノン製複写機NP-6650の感光体ドラム用シリンダーに貼り付けて、同機の改造機で2千枚複写を行い、初期と2千枚複写後の暗部電位(V。)および明部電位(V。)の変動を測定した。なお、初期のV。とV。は各々+650V、+150Vとなるよへに設定した。

(6)

結果を示す。

 $V_o : +690V \quad V_L : +685V$  $E1/2 : 2.8 \text{ lux} \cdot \text{sec}$ 

初期電位

 $V_o : +650V \quad V_L : +150V$ 

2千枚耐久後電位

 $V_o : +649V \quad V_L : +148V$ 

実施例2～7および比較例1～4

この例においては、実施例1で用いた電荷輸送化合物として化合物例(5)の代わりに化合物例(1)、(4)、(6)、(10)、(13)及び(15)を用いた他は実施例1と同様の方法によって電子写真感光体を作成した。

各感光体の電子写真特性を実施例1と同様の方法によって測定した。

また比較のために、下記比較化合物を電荷輸送化合物として用い、他は同様にして電子写真感光体を作成し、電子写真特性を測定した。

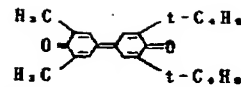
結果を示す。

比較化合物例(1)

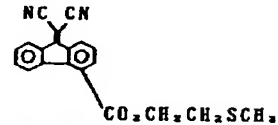
実施例	初期		2千枚耐久後	
	$V_o$ (+V)	$V_L$ (+V)	$V_o$ (+V)	$V_L$ (+V)
2	650	150	641	141
3	650	150	645	149
4	650	150	650	148
5	650	150	642	147
6	650	150	647	148
7	650	150	640	145

比較例	比較化合物例	$V_o$ (+V)	$V_L$ (+V)	$E1/2$ (lux·sec)
1	(1)	690	671	5.9
2	(2)	691	680	84.0
3	(3)	692	687	7.5
4	(4)	711	704	14.5

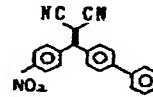
比較例	初期		2千枚耐久後	
	$V_o$ (+V)	$V_L$ (+V)	$V_o$ (+V)	$V_L$ (+V)
1.	650	150	601	207
2	—	—	—	—
3	—	—	—	—
4	—	—	—	—



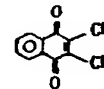
比較化合物例(2)



比較化合物例(3)



比較化合物例(4)



実施例	化合物例	$V_o$ (+V)	$V_L$ (+V)	$E1/2$ (lux·sec)
2	(1)	698	690	2.9
3	(4)	700	695	3.0
4	(6)	701	697	2.0
5	(10)	697	694	2.5
6	(13)	694	690	2.4
7	(15)	690	685	2.0

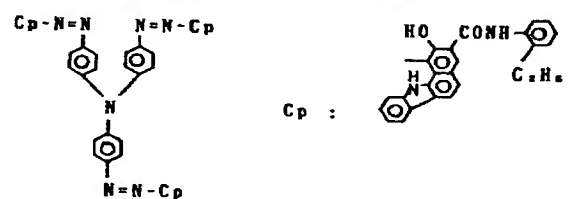
註：比較例2～4は感度悪く、かつ、残留電位高く設定できず。

上記結果から明らかなように、本発明の有機電子材料であるスチルベンキノン化合物は、比較化合物と比べ、電荷輸送化合物として用いた場合、該電子写真感光体は感度および繰り返し使用時の電位安定性に極めて優れていることが分かる。

実施例8

アルミ基体上に、N-メトキシメチル化6ナイロン樹脂(重量平均分子量3万2千)5gとアルコール可溶性共重合ナイロン(重量平均分子量2万9千)5gをメタノール95gに溶解した液をマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚が1μmの下引き層を形成した。

次に、下記構造式の電荷発生物質1g



ポリビニルブチラール(ブチラール化度70%、重量平均分子量5万)0.6gとジオキサソ60gをボールミルで20時間分散を行った。この分散液を先に形成した下引き層の上にブレードコーティング法により塗布し、乾燥後の膜厚が0.1 $\mu$ mの電荷発生層を形成した。

次に、化合物例(3)の化合物10gとポリメチルメタクリレート(重量平均分子量5万)10gをクロロベンゼン110gに溶解し、先に形成した電荷発生層の上にブレードコーティング法により塗布し、乾燥後の膜厚が13 $\mu$ mの電荷輸送層を形成した。

こうして作成した電子写真感光体に+6KVのコロナ放電を行った。この時の表面電位( $V_0$ )を測定した。更に、この感光体を1秒間暗所で放置した後の表面電位( $V_1$ )を測定した。感度は暗減衰した後の電位 $V_1$ を1/2に減衰するのに必要な露光量( $E_{1/2}$ : $\mu$ J/ $\text{cm}^2$ )を測定することによって評価した。この際、光源としてガリウム/アルミニウム/ヒ素の三元系半導体レー

(7) ザー(出力:5mW;発振波長780nm)を用いた。

結果を示す。

$$V_0: +682V, V_1: +671V$$

$$E_{1/2}: 2.1\mu\text{J}/\text{cm}^2$$

次に、同上の半導体レーザーを備えた反転現像方式のデジタル複写機であるキヤノン樹製NP-9330の改造機に上記感光体を取り付けて、実際の画像形成テストを行った。

一次帯電後の表面電位: +600V、像露光後の表面電位: +100V(露光量2.0 $\mu$ J/ $\text{cm}^2$ )の設定で行ったが、文字、画像ともに良好なプリントが得られた。

更に、連続3千枚の画出しを行ったところ、初期から3千枚まで安定したプリントが得られた。

#### 実施例9

特開昭62-67094号公報(USP:4,664,997)に開示されている製造例に従って得られたオキシチタニルフタロシアニン7gをシクロヘキサノン100gにポリビニルベンゼン

ル(ベンゼン化度78モル%、重量平均分子量10万)4gを溶かした液に加えてボールミルで48時間分散した。この分散液をアルミシート上にマイヤーバーで塗布し、90℃で30分間乾燥させ0.15 $\mu$ mの電荷発生層を形成した。

次に化合物例(5)の化合物5gとビスフェノールZ型ポリカーボネート樹脂(重量平均分子量5万)5gをクロロベンゼン/N,N-ジメチルホルムアミド(1重量部/1重量部)70gに溶解した液を先に形成した電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し、130℃で2時間乾燥させ18 $\mu$ mの電荷輸送層を形成した。

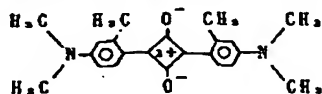
こうして作成した電子写真感光体を実施例8と同様な方法で測定した。

$$V_0: +690V, V_1: +685V$$

$$E_{1/2}: 2.0\mu\text{J}/\text{cm}^2$$

#### 実施例10

下記構造式で示す染料2gと化合物例(8)の



化合物4gをポリカーボネート(重量平均分子量3万)のトルエン(70重量部)-N,N-ジメチルホルムアミド(30重量部)溶液40gに混合し、ボールミルで10時間分散し、この分散液を希釈後、アルミシート上にマイヤーバーで塗布し、100℃で1.5時間乾燥させ、14 $\mu$ mの感光層を形成した。

こうして作成した電子写真感光体を実施例1と同様な方法で帯電特性を測定した。結果を示す。

$$V_0: +685V, V_1: +685V$$

$$E_{1/2}: 3.6\mu\text{J} \times \text{sec}$$

#### 初期電位

$$V_0: +650V, V_1: +150V$$

#### 1万枚耐久後電位

$$V_0: +639V, V_1: +161V$$

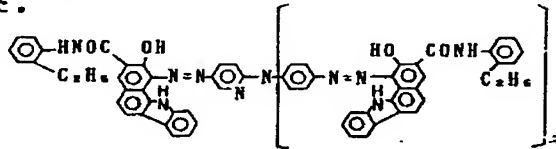
#### 実施例11

アルミ基板上にアルコール可溶性共重合ナイロン(重量平均分子量8万)の5%メタノール溶液を塗布し、乾燥後の膜厚が1 $\mu$ m厚の下引き層を形成した。

(8)

次に、電荷発生物質として下記構造式のトリシアゾ顔料を5gをテトラヒドロフラン50ml中サンドミルで分散した。

次いで、化合物例(11)の化合物5gとポリカーボネート(重量平均分子量3万5千)10gをクロロベンゼン(70重量部)〜ジクロロメタン(30重量部)溶液50gに溶解し、先に調製した分散液に加えサンドミルで更に10時間分散した。



この分散液を先に形成した下引き層上に乾燥後の膜厚が16μmになるようにマイヤーバーで塗布し乾燥した。

こうして作成した感光体の電子写真特性を実施例1と同様の方法で測定した。

$$V_o : +685V \quad V_i : +680V$$

$$E_{1/2} : 4.0 \text{ lux} \cdot \text{sec}$$

この電子写真感光体について川口電機製静電複写紙試験装置EPA-8100を用いてスタチック方式で-5KVでコロナ帯電し、暗所で1秒間保持した後、照度20ルクスで露光し、帯電特性を調べた。

帯電特性としては、表面電位( $V_o$ )と1秒間暗減衰させた時の電位( $V_i$ )を1/2に減衰するのに必要な露光量( $E_{1/2}$ )を測定した。

結果を示す。

$$V_o : -680V \quad V_i : -665V$$

$$E_{1/2} : 3.5 \text{ lux} \cdot \text{sec}$$

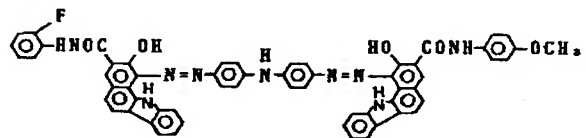
〔発明の効果〕

本発明の有機電子材料は、該材料である一般式(1)で示されるスチルベンキノロン化合物を電子写真感光体に含有させることにより該感光体の電子写真特性において、高感度、また繰り返し帯電、露光による連続画像形成に際して、明部電位と暗部電位の変動が小さく、耐久性に優れるという顕著な効果を発揮させるのに有効である。

#### 実施例12

電荷輸送化合物として化合物例(6)の化合物5gとポリカーボネート(重量平均分子量3万5千)5gをクロロベンゼン70gに溶解し、この液をアルミシート上にマイヤーバーで塗布し、乾燥膜厚が14μmの電荷輸送層を形成した。

次に、下記構造式のジシアゾ顔料2gをポリビニルブチラール(ブチラール化度80モル%)1gをシクロヘキサノン45mlに溶解した液とともにサンドミルで24時間分散し、塗工液を調製した。



この塗工液を希釈後、先の電荷輸送層の上に乾燥後の膜厚が0.3μmとなるようにマイヤーバーで塗布し電荷発生層を形成し、2層の電子写真感光体を作成した。

子写真感光体を作成した。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**